

香)中肉桂酸的含量,该制剂处方中药味较少,样品采用了甲醇超声提取,未见其他成分影响肉桂酸的分离测定。而苏合香丸由15味药组成,成分复杂,我们曾采用甲醇提取,较多的共存峰使得肉桂酸的分离十分困难,精密度较差。本实验采用5%氨水碱化样品、酸化后乙醚萃取的方法制备供试品,提高了提取的选择性,其他成分峰减小或消失,回收率试验表明,该法提取效率高,满足分析要求。

3.2 王睿等<sup>[4]</sup>采用甲醇-乙腈-水-冰醋酸(10:22:55:0.5)为流动相测定冠心苏合丸和冠心苏合胶囊中肉桂酸含量,肉桂酸与其他成分分离所需的保留时间约20min,本实验采用甲醇-1%醋酸(pH3.5)(61:39)为流动相,结果肉桂酸峰与共存峰分离所需的保留时间仅为6min,并且分离效果良好。

3.3 中成药是由多种药味依据中医药理论制成的复方制剂,其质量可用君药中的主要有效成分来评价,肉桂酸是君药苏合香的主要成分,本实验建立了反相高效液相色谱法测

定苏合香丸中肉桂酸的含量,该方法简单、快速、准确性高,可以更好地为苏合香丸的质量控制提供手段。

#### 参考文献

- [1] SUN X B, XU H B. Pharmacology and clinics of modern Chinese medical formula [M]. Tianjin: Tianjin Science and Technology Translation and publishing corp, 2005
- [2] Ch. P(2005) Vol I (中国药典 2005年版.一部) [S]. 2005
- [3] WU J F. Determination of Cinnamic acid in Guanxinsuhe capsules by HPLC [J]. Lishizhen Med Mater Med Res(时珍国医国药), 2004, 15(5): 268
- [4] WANG R, CHEN X H, YU Z G, et al. RP-HPLC determination of Cinnamic acid in Guanxinsuhe pills and Guanxinsuhe capsules [J]. Chin Tradit Herb Drugs(中草药), 2005, 3(36): 384-385.

收稿日期: 2006-08-26

## 反相高效液相色谱法测定蒙药三子汤中栀子苷的含量

白玉霞, 齐日麦图, 梁健存(内蒙古民族大学蒙医药学院, 内蒙古通辽 028041)

**摘要:**目的 建立蒙药三子汤高效液相法测定栀子苷的含量方法。方法 采用 VP-ODS 柱(150L×4.6), 乙腈-0.1% 磷酸水溶液(15:85)为流动相, 检测波长为 238nm。结果 栀子苷浓度与峰面积线性关系良好, 平均加样回收率为 99.1%, RSD=1.57%。结论 该实验方法操作简便, 结果可靠, 为蒙药三子汤质量控制提供可靠依据。

**关键词:** 反相高效液相色谱; 栀子苷含量; 蒙药三子汤

中图分类号: R917.792.1 文献标识码: A 文章编号: 1007-7693(2007)02-0149-02

### Determination of the Content of Geniposide in the Mongolian Medicine three sub soup by RP-HPLC

BAI Yuxia, QIRIMaitu, LIANG Jian-cun (College of Mongolian Medicine, Inner Mongolia University for Nationalities, Tongliao 028041, China)

**ABSTRACT: OBJECTIVE** To set up a standard of quality control about Mongolian Medicine three sub soup. **METHODS** Determine the content of the Geniposide by HPLC. The column was VP-ODS (150L×4.6), the flow phase was C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>O-0.1% H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>·H<sub>2</sub>O (15:85), and the measured wavelength was at 238nm. **RESULTS** The linear relationships of Geniposide concentration and the peak area were good, with the average recovery rate was 99.1%, RSD=1.57%. **CONCLUSION** Conclusion This method is easy and accurate and provides a reliable method for the quality control of Mongolian Medicine three sub soup.

**KEY WORDS** RP-HPLC; content of the geniposide; Mongolian medicine three sub soup

三子汤由栀子、诃子、川楝子3味蒙药组成的传统蒙药制剂,具有清热、解毒、凉血功能。主要用于瘟热、眩晕头疼、血热目赤等病症<sup>[1]</sup>,是蒙医临床常用药之一。为了确保其疗效及药物质量我们采用 RP-HPLC 测定栀子的含量。本试验方法既先进又简便,结果准确可靠,为该药制定质量标准提供可靠依据。

#### 1 材料与仪器

栀子、诃子、川楝子由内蒙古民族大学附属医院蒙药制剂室提供,经鉴定栀子为茜草科植物栀子 *Gardenia jasminoides* Ellis 的干燥成熟果实;诃子为使君子科植物诃子 *Terminalia chebula* Retz 的干燥成熟果实;川楝子为使君子科植物川楝子 *Melia toosendan* Sieb 的干燥成熟果实;以上药材分别粉碎通过 40 目筛备用。三子汤由内蒙古蒙药厂提供(批号为 040715 成药 1);内蒙古民族大学附属医院制剂室提供

作者简介:白玉霞(1962-),女,副教授,从事蒙药化学和蒙药新药研究 20 余年。电话:13394756138 E-mail: baiyuxia165@sina.com

(批号为 2004061 成药 2); 空白对照品按文献的处方及方法配制缺栀子的空白制剂。栀子苷对照品由中国生物制品鉴定所提供(批号 0749-200007); KQ-100 型超声清洗器(昆山市超声仪器有限公司); 石油醚(60~90℃沸程) 甲醇、丙酮、环己烷、氯仿等均为分析纯。高效液相色谱仪: 日本岛津 LC-10ATVP; 电子天平 BS210S(M<sub>分</sub> 210g d=0.1mg) 北京赛多利斯天平有限公司; 流动相用甲醇、乙腈为色谱纯。

## 2 实验方法与结果

### 2.1 色谱条件

VP-ODS 柱(150L×4.6); 流动相: 乙腈-0.1% 磷酸水溶液(15:85); 流速 1.0mL/min; 检测波长 238nm。栀子苷对照品在此条件下的保留时间为 6.07min。栀子苷空白样品色谱图见图 1; 对照品色谱图见图 2; 供试品色谱图见图 3。供试品中栀子苷的理论塔板数 > 4000。

### 2.2 实验溶液的制备

**2.2.1 栀子苷对照品溶液** 精密称取栀子苷对照品 2.3mg 置 10mL 量瓶内, 加甲醇溶解至刻度, 精密吸取此液 1.2mL 置 5mL 量瓶内, 加甲醇溶解至刻度即得 55.2μg/mL 对照品溶液。

**2.2.2 供试品溶液** 称取三子汤约 1g 精密称定重量(n=3) 分别置于 60mL 索氏提取器中, 加石油醚(沸程 60~90℃): 氯仿(3:1) 40mL 于水浴锅上加热脱脂 4h 放冷, 弃去石油醚-氯仿混合液, 药渣挥干。加甲醇 50mL 加热回流提取 10h, 取甲醇提取液置 50mL 量瓶加甲醇稀释至刻度。将上述提取液各取 3 份, 每份 2mL, 蒸干, 通过中性氧化铝柱(3g 100~150 目, 内径 10~15mm, 干法上柱) 以甲醇(色谱纯)-水(重蒸馏水)(1:1) 洗脱置 25mL 量瓶中至刻度, 摇匀, 抽滤, 即得。

**2.2.3 阴性样品溶液** 按处方制备不含栀子药材的供试品, 同法制成阴性样品溶液, 备用。

### 2.3 空白干扰实验

分别吸取阴性样品、栀子苷对照品和供试品溶液各 10μL, 在上述色谱条件下进样测绘 HPLC 图谱, 可知阴性样品对栀子苷的测定无干扰, 而且栀子苷与其他组分可达到基线分离。

### 2.4 标准曲线的制备

精密吸取栀子苷对照品溶液 2.5, 5, 7.5, 10, 12.5μL 进样, 测定栀子苷峰面积, 以栀子苷进样量 X(μg) 为横坐标, 峰面积值 Y 为纵坐标, 绘制标准曲线, 得回归方程:  $Y = 1475373X - 5362$ ,  $r = 0.9999$ 。结果表明, 栀子苷进样量在 0.138~0.690μg 内峰面积与进样量具有良好的线性关系, 结果见表 1。

表 1 栀子苷进样量与峰面积的关系

Tab 1 The relation between the sample size of Geniposide(μg) and the peak area(A)

进样量 /μg	峰面积积分值 A
0.138	201.131
0.276	403.010
0.414	596.465
0.552	811.927
0.690	1014.680

### 2.5 精密度试验

取浓度为 55.2μg/mL 的对照品溶液及供试品液各 10μL, 分别进样, 重复 5 次测定峰面积。结果为对照品 RSD = 0.89%, 供试品 RSD = 1.5%。

### 2.6 稳定性试验

精密吸取新制备的供试品溶液(批号 0749-200007), 按供试品测定方法每隔 1h 进样测定 1 次, 共测定 8 次。统计结果供试品中栀子苷含量的 RSD = 1.16%。

### 2.7 回收率试验

精密称取已知栀子苷的供试品 3 份(批号 0749-200007), 分别加入一定量的栀子苷对照品, 按供试品处理方法处理后进样 10μL 测定, 计算栀子苷回收率, 结果见表 2。

表 2 加样回收试验结果

Tab 2 The result of the experiment of recycling rate

编号	供试品含量 /mg	加入量 /mg	测得量 /mg	回收率 /%	平均回收 /%	RSD /%
1	4.326	3.7	8.039	100.4		
2	4.569	3.3	7.856	99.61	99.1	1.57
3	4.952	3.5	8.361	97.4		

### 2.8 供试品的测定

分别精密吸取各供试品液 10μL, 注入液相色谱仪, 测定峰面积, 计算含量, 结果见表 3。

表 3 三子汤中栀子苷含量

Tab 3 The content of Geniposide in the three sub soup (n=3)

批号	含量 /%	平均值 /%	RSD /%
蒙药厂	1.254		
	1.263	1.263	0.67
	1.271		
附属医院	1.965		
	1.941	1.938	1.5
	1.907		

## 3 讨论

**3.1** 栀子为三子汤中的主药之一, 占组方的 1/3。栀子苷为其主要活性成分之一。为提高药品质量确保疗效, 我们采用 HPLC 对三子汤进行了栀子苷的含量测定, 为三子汤的质量标准研究奠定了良好基础。

**3.2** 三子汤由栀子、诃子、川楝子 3 味药组成, 本试验采用索氏提取器用石油醚: 氯仿回流提取纯化供试品, 能使供试品中的栀子苷与其他成分得到良好分离。此法简便, 易于操作, 为蒙成药的质量分析提供了简便易行的方法。

## 参考文献

- [1] The Hygiene Bureau of Inner Mongolia Autonomous Region. Mongolian Medicine Standards of Inner Mongolia[S]. Chifeng: Inner Mongolian Science and Technology Press, 1984: 7-264.
- [2] WANG X J. The Employment in the Research of Chinese Medicine with HPLC[M]. Harbin: Heilongjiang Science and Technology Press, 1994: 97.

收稿日期: 2006-03-30